

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-096102

(43)Date of publication of application : 04.04.2000

(51)Int.Cl.

B22F 1/02
B22F 9/04
H01F 1/06

(21)Application number : 10-264149 (71)Applicant : AICHI STEEL WORKS LTD

(22)Date of filing : 18.09.1998 (72)Inventor : MOTOKURA YOSHINOBU
HAMADA NORIHIKO
MISHIMA CHISATO

(54) HEAT RESISTANT RARE EARTH ALLOY ANISOTROPY MAGNET POWDER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce rare earth alloy powder for a permanent magnet holding sufficient coercive force and energy product even at a temp. of $>80^{\circ}\text{C}$ and having high magnetic anisotropy and to provide a method for producing it capable of stable production.

SOLUTION: This heat resistant rare earth alloy anisotropy magnet powder is the one in which the surface of anisotropy rare earth magnet powder is provided with a coating layer composed of Nd, Dy, Tb and Pr (hereinafter referred to as M series elements) and an alloy composed of one or \geq two kinds among Nd, Dy, Tb and Pr (hereinafter referred to as an M series elemental alloy). It has a coating layer composed of an alloy (hereinafter referred to as an ML series alloy) obtd. by alloying one or \geq two kinds among the elements (hereinafter referred to as L series elements) whose m.p. T_M satisfies $400^{\circ}\text{C} \leq T_M \leq T_H + 100^{\circ}\text{C}$ compared to the high temp. hydrogen heat treating temp. T_H to the M series elements. It has a coating layer composed of the L series alloy obtd. by alloying one or \geq two kinds among the L series elements.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 25.08.2003

[Date of sending the examiner's decision
of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-96102

(P2000-96102A)

(43)公開日 平成12年4月4日(2000.4.4)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-コード(参考)
B 2 2 F	1/02	B 2 2 F	1/02 A 4 K 0 1 7
	9/04		9/04 E 4 K 0 1 8
H 0 1 F	1/06	H 0 1 F	1/06 A 5 E 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平10-264149

(22)出願日 平成10年9月18日(1998.9.18)

(71)出願人 000116655

愛知製鋼株式会社

愛知県東海市荒尾町ワノ割1番地

(72)発明者 本蔵 義信

愛知県東海市荒尾町ワノ割1番地 愛知製
鋼株式会社内

(72)発明者 濱田 典彦

愛知県東海市荒尾町ワノ割1番地 愛知製
鋼株式会社内

(72)発明者 三嶋 千里

愛知県東海市荒尾町ワノ割1番地 愛知製
鋼株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 耐熱希土類合金異方性磁石粉末

(57)【要約】

【課題】80℃を越えるような温度においても十分な保磁力、エネルギー積を保ち、かつ、大きな磁気異方性を有する永久磁石用希土類合金粉末と安定した生産が可能なその製造方法を提供することを課題とする。

【解決手段】異方性希土類磁石粉末の表面に、Nd、Dy、Tb、Pr(以下、M系元素という)、Nd、Dy、Tb、Prの一種または2種以上で構成される合金(以下、M系元素合金という)からなるコーティング層を持つこと、M系元素に対して、高温水素熱処理温度 T_H に比べ融点 T_M が $400^{\circ}\text{C} \leq T_M \leq T_H + 100^{\circ}\text{C}$ になるような元素(以下、L系元素という)の一種もしくは2種以上を合金化させた合金(以下、ML系合金という)からなるコーティング層を持つこと、L系元素の一種もしくは2種以上を合金化させたML系合金からなるコーティング層を持つこと。

【特許請求の範囲】

【請求項1】異方性希土類磁石粉末の表面に、Nd、Dy、Tb、Pr（以下、M系元素という）からなるコーティング層を持つことを特徴とする耐熱希土類合金異方性磁石粉末。

【請求項2】異方性希土類磁石粉末の表面に、Nd、Dy、Tb、Prの一種または2種以上で構成される合金（以下、M系元素合金という）からなるコーティング層を持つことを特徴とする耐熱希土類合金異方性磁石粉末。

【請求項3】請求項1に記載のM系元素に対して、高温水素熱処理温度 T_H に比べ融点 T_M が $500^\circ\text{C} \leq T_M \leq T_H + 100^\circ\text{C}$ になるような元素（以下、L系元素という）の一種もしくは2種以上を合金化させた合金（以下、ML系合金という）からなるコーティング層を持つことを特徴とする耐熱希土類合金異方性磁石粉末。

【請求項4】請求項2に記載のM系元素合金に、L系元素の一種もしくは2種以上を合金化させたML系合金からなるコーティング層を持つことを特徴とする耐熱希土類合金異方性磁石粉末。

【請求項5】異方性希土類磁石粉末の表面に、DyCo合金からなるコーティング層を持つことを特徴とする耐熱希土類合金異方性磁石粉末

【請求項6】異方性希土類磁石粉末の表面に、当該異方性希土類磁石粉末の正方晶構造 $R_2Fe_{14}B$ 型化合物（Rはイットリウムを含む希土類元素のうち1種または2種以上からなる希土類元素）のRの一部と、すくなくともM系元素（Nd、Dy、Tb）のうち1種または2種以上が置換した拡散層を持つことを特徴とする耐熱希土類合金異方性磁石粉末。

【請求項7】正方晶構造 $R_2Fe_{14}B$ 型化合物（Rはイットリウムを含む希土類元素のうち1種または2種以上からなる希土類元素）からなる異方性希土類磁石粉末と、M系元素粉末、M系元素合金粉末、又は、ML系合金粉末の両者を、 $a\text{ t \%}$ 比 $X = m / (r + m) \times 100$ （mはM系元素、M系元素合金、又は、ML系合金におけるM系元素の全 $a\text{ t \%}$ ）（rは異方性希土類磁石粉末中における希土類元素の全 $a\text{ t \%}$ ）を $0.03 < X < 24$ に特定して混合し、該混合物を真空中あるいは不活性ガス雰囲気中において熱処理温度 T_D を $400^\circ\text{C} \leq T_D \leq$ 高温水素処理温度 $T_H + 50^\circ\text{C}$ に保持することを特徴とする耐熱希土類合金異方性磁石粉末の製造方法。

【請求項8】正方晶構造 $R_2Fe_{14}B$ 型化合物（Rはイットリウムを含む希土類元素のうち1種または2種以上からなる希土類元素）からなる異方性希土類磁石粉末と、M系元素水素化物粉末、M系元素合金水素化物粉末、又は、ML系合金水素化物粉末の両者を、 $a\text{ t \%}$ 比 $X = m / (r + m) \times 100$ （mはM系元素、M系元素合金、又は、ML系合金におけるM系元素の全 $a\text{ t \%}$ ）（rは異方性希土類磁石粉末中における希土類元素の全

$a\text{ t \%}$ ）を $0.03 < X < 24$ に特定して混合し、該混合物を真空中あるいは不活性ガス雰囲気中において熱処理温度 T_D を $400^\circ\text{C} \leq T_D \leq$ 高温水素処理温度 $T_H + 50^\circ\text{C}$ に保持することを特徴とする耐熱希土類合金異方性磁石粉末の製造方法。

【請求項9】請求項1～6のいずれかの耐熱希土類合金異方性磁石粉末に樹脂または低融点金属を混合し成形固化するボンド磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、各種モーター、アクチュエーター等に用いることが可能な高保磁力を有する強力な永久磁石用希土類磁石の技術分野に属する。

【0002】

【従来の技術】強力な希土類合金異方性磁石粉末として、高温水素熱処理による製造方法が特開平10-135019号公報（従来技術1）に開示されている。また、高保磁力を有する希土類合金異方性磁石粉末の製造方法として、希土類元素と鉄とホウ素とを主成分とする希土類磁石の希土類元素の一部を異方性磁場の大きい希土類元素（Dy、Tb）と置換する方法が、例えば特開平9-165601号公報（従来技術2）に開示されている。

【0003】従来技術1の希土類合金異方性磁石粉末は、大きな磁気異方性を有し、かつ室温ではある程度の大きな保磁力を有するが、 80°C を越えるような温度では保磁力が小さくなり、使用できない。実際に従来技術1の希土類合金異方性磁石粉末を作製し保磁力の評価を行ったところ、室温では 955 kA/m であるが、 80°C では 720 kA/m 、 120°C では 400 kA/m となっている。

【0004】また、従来技術2の希土類合金異方性磁石粉末は、 $RE: 11 \sim 15\text{ a t \%}$ （但し、REはR1とR2からなり、R1はYを含む希土類元素の少なくとも1種で、PrまたはNdの1種または2種をR1のうち 90 a t \% 異常現有し、R2はTb、Dyのうち1種もしくは2種で、かつR1とR2の $a\text{ t \%}$ 比は $0.003 < R2/R1 < 0.06$ の関係を満たす）、 $T: 76 \sim 84\text{ a t \%}$ （但し、TはFeまたはFeの一部を 50% 以下のCoで置換可能）、 $ME: 0.05 \sim 5\text{ a t \%}$ （但し、MEはGa、Zr、Nb、Hf、Ta、Wのうち1種または2種以上）、 $B: 5 \sim 9\text{ a t \%}$ で、かつR2とMEとCoの $a\text{ t \%}$ 比において $(R2 + ME + Co / 10) < 6$ の関係を満たすことにより、高い磁化と大きな保磁力を両立できることを特徴としている。しかし、実際に作製してみると、安定した特性が得られないことが分かった。なぜならば、合金鑄塊作製の際、異方性磁場の大きい希土類元素（Dy、Tb）は極微量しか添加しないため、かつ、蒸気圧が大きい組成の制御が非常に困難であり、故に、安定した特性が得られな

い、例えば、 $R2/R1 < 0.02$ の場合では、異方性磁場の大きい希土類元素 (Dy, Tb) を置換しない場合に比べて、保磁力の向上はほとんど見られず、また、異方性磁場の大きい希土類元素 (Dy, Tb) を添加すると、急激な異方性の低下のため十分なエネルギー積が得られない。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】そこで本願発明は、 80°C を越えるような温度においても十分な保磁力を保ち、かつ、大きな磁気異方性を有する耐熱希土類合金異方性磁石粉末と安定した生産が可能なその製造方法を提供することを課題とする。

【0006】 80°C を越えるような温度で十分な保磁力を確保する方法は、(1) 保磁力の温度係数の改善、

(2) 80°C を越えるような温度で保磁力が低下しても十分な値が確保できるよう、室温での保磁力を向上させる、の2点が従来から知られている。

【0007】上記(1)の保磁力の温度係数を改善する方法は、磁気特性の中核である正方晶構造 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型化合物相の磁気異方性の温度依存性が大きいこと、実現は困難である。これに対し、上記(2)の室温での保磁力の向上は、例えば、特開平9-165601号公報に開示されている。

【0008】本発明者は、希土類合金異方性磁石粉末の逆磁区の発生場所を検討し、逆磁区発生を抑制する方法を発見し、高保磁力を有し、大きな磁気異方性を有する希土類合金異方性磁石粉末とその製造方法を発明した。本発明はかかる見解の元で完成されたものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明の耐熱希土類合金異方性磁石粉末は、異方性希土類磁石粉末の表面に、 Nd 、 Dy 、 Tb 、 Pr (以下、M系元素という) からなるコーティング層を持つことを特徴とする。

【0010】また、本発明の耐熱希土類合金異方性磁石粉末は、異方性希土類磁石粉末の表面に、 Nd 、 Dy 、 Tb 、 Pr の一種または2種以上で構成される合金 (以下、M系元素合金という) からなるコーティング層を持つことを特徴とする。

【0011】さらに、本発明の耐熱希土類合金異方性磁石粉末は、前記M系元素に対して、高温水素熱処理温度 T_H に比べ融点 T_M が $500^{\circ}\text{C} \leq T_M \leq T_H + 100^{\circ}\text{C}$ になるような元素 (以下、L系元素という) の一種もしくは2種以上を合金化させた合金 (以下、ML系合金という) からなるコーティング層を持つことを特徴とする。

【0012】本発明の耐熱希土類合金異方性磁石粉末は、前記のM系元素合金に、L系元素の一種もしくは2種以上を合金化させたML系合金からなるコーティング層を持つことを特徴とする。

【0013】本発明の耐熱希土類合金異方性磁石粉末は、異方性希土類磁石粉末の表面に、 DyCo 合金から

なるコーティング層を持つことを特徴とする。

【0014】本発明の耐熱希土類合金異方性磁石粉末は、異方性希土類磁石粉末の表面に、当該異方性希土類磁石粉末の正方晶構造 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型化合物 (R はイットリウムを含む希土類元素のうち1種または2種以上からなる希土類元素) の R の一部と、すくなくともM系元素 (Nd 、 Dy 、 Tb) のうち1種または2種以上が置換した拡散層を持つことを特徴とする。

【0015】本発明の耐熱希土類合金異方性磁石粉末の製造方法は、正方晶構造 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型化合物 (R はイットリウムを含む希土類元素のうち1種または2種以上からなる希土類元素) からなる異方性希土類磁石粉末と、M系元素粉末、M系元素合金粉末、又は、ML系合金粉末の両者を、 $\text{at}\%$ 比 $X = m / (r + m) \times 100$

(m はM系元素、M系元素合金、又は、ML系合金におけるM系元素の全 $\text{at}\%$) (r は異方性希土類磁石粉末中における希土類元素の全 $\text{at}\%$) を $0.03 < X < 24$ に特定して混合し、該混合物を真空中あるいは不活性ガス雰囲気中において熱処理温度 T_D を $400^{\circ}\text{C} \leq T_D \leq$ 高温水素処理温度 $T_H + 50^{\circ}\text{C}$ に保持することを特徴とする。また、本発明の耐熱希土類合金異方性磁石粉末の製造方法は、正方晶構造 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型化合物 (R はイットリウムを含む希土類元素のうち1種または2種以上からなる希土類元素) からなる異方性希土類磁石粉末と、M系元素水素化物粉末、M系元素合金水素化物粉末、又は、ML系合金水素化物粉末の両者を、 $\text{at}\%$ 比 $X = m / (r + m) \times 100$ (m はM系元素、M系元素合金、又は、ML系合金におけるM系元素の全 $\text{at}\%$) (r は異方性希土類磁石粉末中における希土類元素の全 $\text{at}\%$) を $0.03 < X < 24$ に特定して混合し、該混合物を真空中あるいは不活性ガス雰囲気中において熱処理温度 T_D を $400^{\circ}\text{C} \leq T_D \leq$ 高温水素処理温度 $T_H + 50^{\circ}\text{C}$ に保持することを特徴とする。また、本発明のボンド磁石の製造方法は、前記のいずれかの耐熱希土類合金異方性磁石粉末に樹脂または低融点金属を混合し成形固化することを特徴とする。

【0016】なお、異方性磁石粉末の最大エネルギー積 (以下 $(BH)_{\text{max}}$ と称す)、残留磁束密度 (以下 B_r と称す) には、通常の BH トレーサーが使用できないため、本発明では $(BH)_{\text{max}}$ 、 B_r の測定方法として次の方法を採用した。まず異方性磁石粉末を $212 \mu\text{m}$ 以下の粒径のものに分級して用いた。そして反磁場が 0.2 になるように成形し、磁場中で配向後 4568 kA/m で着磁し、 VSM で測定して $(BH)_{\text{max}}$ 、 B_r を求めた。

【0017】

【発明の実施の形態】従来の異方性磁石粉末の逆磁区の発生場所は、粉末の表面である。粉末表面の粗さ、磁気特性の担い手である $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ の粉末表面の R 原子の結合が切れているためと考えられる。すなわち、粉末

表面をスムーズにし、磁気特性の担い手である $R2Fe14B$ の粉末表面のR原子が何らかの原子と結合していればよい。従って、 $R2Fe14B$ のRの異方性磁場以上の元素が少なくとも逆磁区発生場所である粉末表面に結合されていれば保磁力が向上する。 $R2Fe14B$ のRの異方性磁場以上の元素として、Nd、Dy、Tb、Prから選ばれる1種または2種以上が利用できる。中でもコスト及び磁気特性の理由からDyを用いることが好ましい。

【0018】粉末表面をスムーズにし、磁気特性の担い手である $R2Fe14B$ の粉末表面のR原子がM系元素と結合していればよい。極微量のM系元素、M系元素合金、ML系元素合金ができる限り均一かつ薄く粉末表面にあればよい。従って、M系元素、M系元素合金、ML系元素合金中のMの下限を $0.03 < m / (r + m) \times 100$ とする。これに対し、M系元素、M系元素合金、ML系元素合金の量が大きければ、より均一に粉末表面にRと結合できるが、 $(BH)_{max}$ が低下する。従って、RあるいはR合金の上限を $m / (r + m) \times 100 < 24$ とする。

【0019】耐熱希土類合金異方性磁石粉末の製造方法において、正方晶構造 $R2Fe14B$ 型化合物の異方性

磁石粉末とMあるいはM合金を混合させた後、 400°C 以下の熱処理では、拡散が起こりにくく、正方晶構造 $R2Fe14B$ 型化合物中のRとM系元素、M系元素合金、ML系元素合金中のMとの結合が困難である。正方晶構造 $R2Fe14B$ 型化合物の異方性磁石粉末は、通常、高温水素熱処理され、微細組織を有しているため、高温水素熱処理温度を大きく越えた温度での熱処理は急激な結晶粒の粗大化が起こる。従って、熱処理条件は 400°C から高温水素処理温度 $T_H + 50^{\circ}\text{C}$ とした。

【0020】

【発明の効果】 80°C を超えるような温度においても十分な保磁力を保ち、かつ、大きな磁気異方性を有する永久磁石用希土類合金粉末と安定した生産が可能なその製造方法を提供できる。

【0021】

【実施例】以下、実施例により具体的に説明する。

(実施例1) 平均粒度が $10\mu\text{m} \sim 5000\mu\text{m}$ で少なくとも $80\text{vol}\%$ 以上の正方晶構造 $R2Fe14B$ 型化合物の異方性磁石粉末を $212\mu\text{m}$ 以下に分級したものを母材粉末とした。母材粉末の磁気特性を表1に示す。

【0022】

【表1】

No.	組成	$(BH)_{max} / \text{kJm}^{-3}$	I_H / MAm^{-1}	Br / T	高温水素熱処理温度 $T_H / ^{\circ}\text{C}$
1	$\text{Nd}_{12.5}\text{Fe}_{61}\text{B}_{6.2}$	242	0.72	1.20	800
2	$\text{Nd}_{12.3}\text{Fe}_{61}\text{Co}_{0.3}\text{Nb}_{0.1}\text{B}_{6.2}$	301	1.01	1.34	820
3	$\text{Nd}_{12.5}\text{Fe}_{61}\text{Co}_{0.3}\text{Nb}_{0.2}\text{B}_{6.4}$	314	1.19	1.34	820
4	$\text{Nd}_{12.6}\text{Fe}_{61}\text{Co}_{0.3}\text{Nb}_{0.1}\text{B}_{6.3}$	333	0.98	1.40	820
5	$\text{Nd}_{12.4}\text{Fe}_{61}\text{Co}_{0.3}\text{Nb}_{0.1}\text{B}_{6.4}$	336	1.08	1.35	800
6	$\text{Nd}_{11.5}\text{Dy}_{1.0}\text{Fe}_{61}\text{Co}_{0.3}\text{Nb}_{0.2}\text{B}_{6.4}$	129	1.36	0.87	860

また、ボタンアーク溶解にてML系合金を融点が 800°C 以下になるような組成に溶製し、乳鉢あるいは振動ミルで粉砕した。ML系合金の組成、平均粒度を表2に

示す。

【0023】

【表2】

No.	組成	平均粒度 μm	融点 $^{\circ}\text{C}$
7	$\text{Dy}_{73}\text{Co}_{27}$	5.8	737
8	$\text{Dy}_{73}\text{Co}_{27}$	11.5	737
9	$\text{Dy}_{73}\text{Co}_{27}$	30.8	737
10	$\text{Dy}_{73}\text{Co}_{27}$	98.5	737
11	$\text{Dy}_{69}\text{Co}_{31}$	6.3	737
12	$\text{Dy}_{67}\text{Co}_{33}$	6.1	735
13	$\text{Nd}_{68}\text{Co}_{32}$	6.9	597
14	$\text{Tb}_{67}\text{Co}_{33}$	5.8	730
15	$\text{Pr}_{67}\text{Co}_{33}$	5.6	570
16	$\text{Dy}_{68}\text{Nd}_5\text{Co}_{27}$	5.9	719
17	$\text{Dy}_{72}\text{Co}_{23}\text{Fe}_5$	6.5	751
18	$\text{Dy}_{68}\text{Nd}_5\text{Co}_{23}\text{Fe}_5$	5.5	733

その後、母材粉末とML系合金粉末を乳鉢にて混合し、表3に示す条件で熱処理を真空中で行った。また、比較

材として、母材粉末のみの熱処理を行った。

【0024】

【表3】

No.	母材 No.	ML系合金 No.	ML系合金 添加量 X	熱処理条件		(BH)max / kJm ⁻³	iHc / MAm ⁻¹	Br / T
				温度 / °C	時間 / h			
17	1	7	8.0	800	1	190	0.93	1.06
18	2	7	8.0	900	1	88	0.28	1.11
19	2	7	8.0	850	1	288	1.37	1.26
20	2	7	8.0	800	1	280	1.39	1.24
21	2	7	8.0	750	1	292	1.28	1.28
22	2	7	8.0	700	1	286	1.20	1.28
23	2	7	8.0	650	1	290	1.16	1.30
24	2	7	8.0	800	0.5	281	1.34	1.24
25	2	7	8.0	800	3	270	1.36	1.22
26	3	7	24	800	1	216	1.44	1.1
27	3	7	15.0	800	1	244	1.43	1.15
28	3	7	8.0	800	1	261	1.41	1.20
29	3	7	4.0	800	1	297	1.38	1.28
30	3	7	2.0	800	1	309	1.37	1.31
31	3	7	1.0	800	1	315	1.32	1.33
32	3	7	0.1	800	1	315	1.22	1.33
33	3	8	8.0	800	1	272	1.42	1.21
34	3	9	8.0	800	1	264	1.38	1.2
35	3	10	8.0	800	1	276	1.28	1.25
36	3	11	8.0	800	1	260	1.42	1.2
37	3	12	8.0	800	1	263	1.39	1.19
38	4	7	8.0	800	1	277	1.24	1.26
39	5	7	8.0	800	1	280	1.28	1.2
40	6	7	8.0	860	1	123	1.52	0.81
41	2	13	8.0	800	1	306	1.2	1.31
42	2	14	8.0	800	1	271	1.51	1.2
43	2	15	8.0	800	1	299	1.19	1.29
44	2	16	8.0	800	1	281	1.39	1.22
45	3	17	8.0	800	1	275	1.35	1.24
46	3	18	8.0	800	1	277	1.36	1.24
47	2	-	-	800	1	310	1.03	1.35
48	3	-	-	800	1	324	1.14	1.34
49	4	-	-	800	1	336	1.04	1.4

【0025】具体的には、異方性希土類磁石粉末とML系合金粉末の両者を、 $a \text{ t} \% \text{比} X = m / (r + m) \times 100$ (m はML系合金におけるM系元素の全 $a \text{ t} \%$)

(r は異方性希土類磁石粉末中における希土類元素の全 $a \text{ t} \%$)の X を0.1~2.4になるよう混合した。試料として約50gと極めて少なくし、真空チャンバー内に入れ、拡散ポンプで真空引きしながら所定の温度、時間で熱処理を行った。熱処理終了後は、高純度アルゴンガスを導入することにより急冷した。これにより希土類合金異方性磁石粉末を製造した。得られた希土類合金異方性磁石粉末の磁気特性を測定し、これを表3に示す。表3中のNo. 17~23の結果を用いて、保磁力に及ぼす熱処理温度の影響を図1に示す。図1より900℃では急激に保磁力が低下している。これは、母材の高温水素熱処理の温度が820℃であり、母材の結晶粒が成長したためである。すなわち、母材の高温水素熱処理温度よりも明らかに高い温度で熱処理をすると逆に保磁力が低下することが分かる。一方、ML系合金の融点より約100℃低い温度で熱処理を行っても保磁力の増加している。また、均一に母材粉末表面にML系合金が結合するためには、ML系合金の平均粒度も重要なパラメータの1つとなる。表3中のNo. 28, 33~37の結果を用いて、保磁力に及ぼすML系合金の平均粒度の影響を図2に示す。図2よりML系合金の平均粒度が小

さいと保磁力は高くなる。平均粒度が小さいとより均一に母材粉末表面に結合するためと考えられる。また、ML系合金の添加量の調査も行った。表3中のNo. 27~32の結果を用いて、最大エネルギー積、保磁力に及ぼす異方性希土類磁石粉末中の全希土類金属とML系合金の全希土類金属の $a \text{ t} \% \text{比}$ の影響をそれぞれ図3, 4に示す。また、合わせて、合金鑄塊を作製する時にDyを添加した結果も示す。図3, 4より、合金鑄塊法と比較して、少ないDy量で大きい最大エネルギー積と高い保磁力が得られていることが分かる。一方、母材のみの熱処理では保磁力の増加はない。また、図3, 4中には示していないが、異方性希土類磁石粉末中の全希土類金属とML系合金の全希土類金属の $a \text{ t} \% \text{比} X$ が2.4の場合は、最大エネルギー積が母材のみに比べて大きく低下している。

【0026】得られた磁石粉末(表3中のNo. 20)を用い、熱硬化性樹脂としてフェノール樹脂を磁石粉末98gに対して2g使用し、型内で2.5Tの磁場を作用させながら圧縮成形してボンド磁石を得た。また、比較材に表3中のNo. 2の磁石粉末を用いた。得られたボンド磁石を用いて室温、80℃及び120℃での保磁力をVSMにて測定し、表4に示す。

【0027】

【表4】

No.	磁粉 No.	iHc / MAm ⁻¹			(BH)max / kJm ⁻³		
		室温	80℃	120℃	室温	80℃	120℃
50	28	1.39	0.98	0.72	150	129	108
51	2 (比較)	1.01	0.72	0.45	152	128	95

その結果、比較材の80℃の保磁力と本発明磁粉の120℃の保磁力がほぼ同じ値になり、120℃以下では十分な保磁力を有していることがわかる。保磁力だけに注目した場合、耐熱性が約40℃向上している。

【0028】(実施例2) 実施例1と同じく、平均粒度が10μm~5000μmで少なくとも80vol%以上の正方晶構造R2Fe14B型化合物の異方性磁石粉末を212μm以下に分級したものを母材粉末とした。母

材粉末の磁気特性を表1に示す。また、M系元素、M系元素合金、ML系元素合金の水素化物を温度：800℃、時間：1h、水素圧力：0.1MPaの条件で作製し、乳鉢あるいは振動ミルで粉碎し、母材粉末と水素化物粉末を乳鉢にて混合した。水素化物の平均粒度を表5に示す。

【0029】

【表5】

No.	組成	平均粒度 μm
52	NdH ₂	5.9
53	DyH ₂	6.4
54	TbH ₂	6.7
55	PrH ₂	6.0
56	(Dy ₇₃ Co ₂₇)H ₂	6.4
57	(Dy ₉₃ Nd ₇)H ₂	5.8

その後、表6に示す条件で熱処理を真空中で行った。

【表6】

【0030】

No.	母材 No.	水素化物 No.	水素化物 添加量 X	熱処理条件		(BH)max / kJm ⁻³	iHc / MAm ⁻¹	Br / T
				温度 /℃	時間 / h			
58	2	52	8.0	800	1	307	1.20	1.30
59	2	53	8.0	800	1	280	1.36	1.24
60	2	54	8.0	800	1	278	1.52	1.23
61	2	55	8.0	800	1	306	1.19	1.29
62	2	56	8.0	800	1	280	1.38	1.23
63	2	57	8.0	800	1	285	1.39	1.24

【0031】具体的には、異方性希土類磁石粉末とM系元素、M系元素合金、ML系合金粉末の水素化物の両者を、 $a \text{ t \% 比 } X = m / (r + m) \times 100$ (mはM系元素、M系元素合金、又は、ML系合金の水素化物におけるM系元素の全at%) (rは異方性希土類磁石粉末中における希土類元素の全at%)のXを8になるよう混合した。実施例1と同様に、試料として約50gと極めて少なくし、真空チャンパー内に入れ、拡散ポンプで真空引きしながら所定の温度、時間で熱処理を行った。このとき、水素化物が脱水素され、M系元素、M系元素合金、ML系合金単体となる。熱処理終了後は、高純度アルゴンガスを導入することにより急冷した。これにより希土類合金異方性磁石粉末を製造した。得られた希

土類合金異方性磁石粉末の磁気特性を測定した。これを表6に示す。異方性磁場が大きい元素ほどより保磁力が増加する傾向にあることがわかる。

【0032】得られた磁石粉末(表6中のNo. 60)を用い、実施例1と同様に、熱硬化性樹脂としてフェノール樹脂を磁石粉末98gに対して2g使用し、型内で2.5Tの磁場を作用させながら圧縮成形してボンド磁石を得た。比較材は表4中のNo. 52である。得られたボンド磁石を用いて室温、80℃及び120℃での保磁力をVSMにて測定し、表7に示す。

【0033】

【表7】

No.	磁粉 No.	iHc / MAm ⁻¹			(BH)max / kJm ⁻³		
		室温	80℃	120℃	室温	80℃	120℃
64	59	1.37	0.99	0.71	147	128	110

その結果、実施例1と同様に、比較材の80℃の保磁力

と本発明磁粉の120℃の保磁力がほぼ同じ値になり、

120℃以下では十分な保磁力を有していることがわかる。保磁力だけに注目した場合、耐熱性が約40℃向上している。

【図面の簡単な説明】

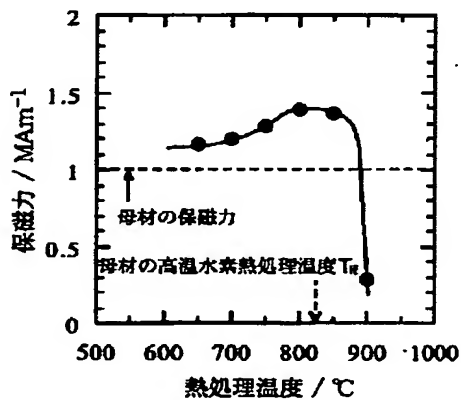
【図1】希土類合金異方性磁石粉末とML系合金(DyCo)の混合体の保磁力に及ぼす熱処理温度の影響を示す図である。

【図2】希土類合金異方性磁石粉末とML系合金(DyCo)の混合体の保磁力に及ぼすML系合金(DyCo)の平均粒度の影響を示す図である。

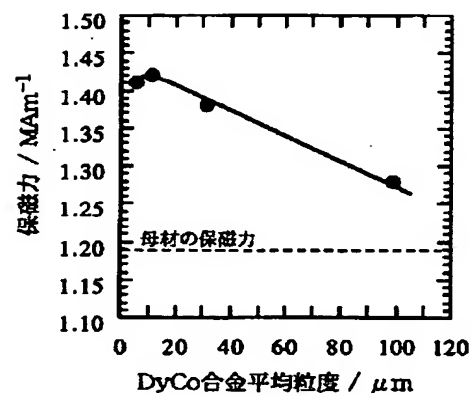
【図3】希土類合金異方性磁石粉末とML系合金(DyCo)の混合体の最大エネルギー積に及ぼす希土類磁石粉末中の全希土類金属とML系合金の全希土類金属のat%比Xの影響を示す図である。

【図4】希土類合金異方性磁石粉末とML系合金(DyCo)の混合体の最大エネルギー積に及ぼす希土類磁石粉末中の全希土類金属とML系合金の全希土類金属のat%比Xの影響を示す図である。

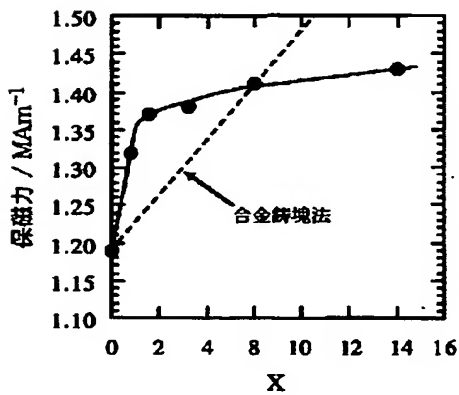
【図1】



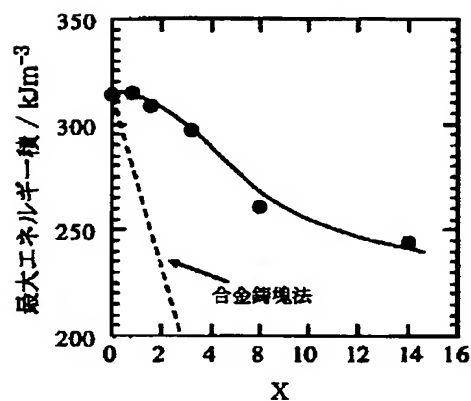
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4K017 AA04 BA03 BA06 BA08 DA02
 4K018 AA27 BA05 BA18 BC32 BD01
 KA43 KA45
 5E040 AA04 AA19 BB01 BB03 BC01
 CA01 HB11 HB14 HB17 NN01
 NN05 NN18